

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-175157

⑬ Int.Cl.

⑭ 特許記号

⑮ 庁内整理番号

⑯ 公開 昭和63年(1988)7月19日

D 04 H 3/00
3/16Z-6844-4L
6844-4L

要否請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑰ 発明の名称 不織布

⑱ 特 願 昭62-305

⑲ 出 願 昭62(1987)1月5日

⑳ 発 明 者 磯 田 英 夫 滋賀県大津市堅田2丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合
研究所内㉑ 発 明 者 田 中 茂 樹 滋賀県大津市堅田2丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合
研究所内㉒ 発 明 者 石 原 英 昭 滋賀県大津市堅田2丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合
研究所内

㉓ 出 願 人 東洋紡績株式会社 大阪府大阪市北区堂島浜2丁目2番8号

㉔ 代 理 人 弁理士 榎 木 久一 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

不織布

2. 特許請求の範囲

(1) 繊維径が3μm以下、繊維径係数(CV)が0.3以下であり、且つ初期引張抵抗が20g/デニール以上である合成繊維からなることを特徴とする不織布。

(2) 延方向及び横方向の伸縮率が共に15%以下である特許請求の範囲第1項に記載の不織布。

(3) 合成繊維がメルトブロー法によって製造された熱可塑性合成繊維である特許請求の範囲第1又は2項に記載の不織布。

(4) フィルター用として使用されるものである特許請求の範囲第1〜3項のいずれかに記載の不織布。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、合成繊維のサイズ、形状特性及び物

性を特定することによって、殊にフィルター用として高性能を発揮する不織布に関するものである。

【従来の技術】

血液等の体液用フィルターに対する需要が高まり、超デニール繊維を用いた不織布が実用化されている。例えば特開昭54-119012号や同54-119013号等に記載された不織布はその一例である。ところがこれらの不織布を製造する為に用いられる繊維は直径3.5〜10μm程度とやや太いためこれら繊維の折り屈なりはである不織布の自由空間が大き過ぎて比較的大きい物質も容易に透過することが可能となり、血液用フィルターとしては満足できるものではない。こうした問題に対処するものとして最近メルトブロー法によって得られる超デニール繊維を用いた不織布が提案され(特開昭60-103468号や同60-103267号等)、濾過分離効率の向上が期待されている。ところがメルトブロー法では、繊維径が細くなり過ぎると共に延伸作用が

特開昭63-175157(2)

期待されないのでモジュラスが低くなる傾向にあり、しかも不織布型品としてでき上った後の収縮防止や構造保持のために行なわれる熱固定処理によって繊維のモジュラスは更に低下し、更に不織布としての抗圧降下が悪化するという問題もある。

しかも自由空間の問題については、繊維の短縮化によって元々狭められているうえに熱固定処理に伴う収縮によって不織布全体が収縮すると共に自由空間を狭める方向に繊維の太りが生じてくるので、メルトブロー法の採用によって狭められた自由空間は一段狭いものとなってしまう。尚前記した繊維の太りは自由空間に面した部分で集中的に発生するから繊維径が太く、不織布としての物性低下、並びに自由空間の大きさを不揃い等招き、特に後者の現象は通過の選別性を悪くするものにするという欠陥を招く。

また繊維の低モジュラス化に起因する剪断抗圧降下不足は、フィルターとして使用したときの吸引力あるいは加圧力により不織布が押し潰されて

自由空間が狭小化する現象を招き、通液抵抗が極端に増大して通過機能を喪失する（媒材としての耐久性不良）という問題を生じる。

【発明が解決しようとする問題点】

本発明は上記の様な問題点に着目してなされたものであって、その目的は、従来の初デニール級に見られる低モジュラス化を防ぐと共に適切な自由空間を有する限り均一な大きさに確保して通過時の選別機能を高め、且つ高強度と抗圧降下性を保持し得る様な不織布を提供しようとするものである。

【問題点を解決するための手段】

上記の目的を達成することのできた本発明不織布の構成は、繊維径が $3\mu\text{m}$ 以下、繊維径(CV)が0.3以下であり、且つ初期引張抵抗が $20\text{g}/\text{デニール}$ 以上である合成繊維からなるところに要旨を有するものである。

【作用】

本発明に係る不織布を構成する合成繊維の繊維径は $3\mu\text{m}$ 以下でなければならず、より好ましいは

のは $2\mu\text{m}$ 以下である。繊維径が $3\mu\text{m}$ を超える場合は、これら繊維の折り重なり体である不織布が容易に破れて本発明の効果を発揮し得ない。また物質までも通過させるものとなり、直接用フィルター等としての実用性を欠くものとなる。しかし繊維径が $3\mu\text{m}$ 以下の繊維を使用すると、たとえば血液中の白血球等を効率よく分離除去することができ、その結果高純度の赤血球を高効率で回収することが可能となる。但し繊維径が細くなり過ぎると不織布の自由空間が小さくなり過ぎて通過抵抗が大きくなるばかりでなく、たとえば血液用フィルターとして使用した場合赤血球の一部も白血球と共に回収されて赤血球の回収率が低下するので繊維径は $0.1\mu\text{m}$ 以上とするのがよい。

また該合成繊維の繊維径(CV)は0.3以下でなければならず、より好ましいのは0.1以下である。繊維径が0.3を超える場合は不織布としたときに形成される自由空間の大きさが不揃いとなり、通過の選別性が低下して特定粒径物質の分離効率が低いものとなる。更に該合成繊維の初期

引張抵抗は抗圧降下性、即ち圧縮による通過性の低下を抑制する性能と密着関係を有しており、 $20\text{g}/\text{デニール}$ 以上の初期引張抵抗を示すものを使用しなければならず、より好ましいのは $30\text{g}/\text{デニール}$ 以上のものである。しかしして該抵抗値が $20\text{g}/\text{デニール}$ 未満のものでは不織布の抗圧降下が乏しく、殊に $10\text{g}/\text{デニール}$ 以下になると小さな通過圧力でも不織布が潰れるまで圧縮され不織布の自由空間が押しつぶされて通過性が激減し、通過速度が極端に遅くなる。

本発明に係る不織布を構成する繊維に求められる特性は上記の通りであるが、この低下の性能特性を有する繊維であるため不織布のフィルターとしての性能は一般と優れたものとなっている。即ち表面が著しく分子配向して巨大な結晶から成り、一方内層は著しく低配向な非晶質であるシースコア構造を有するもので、高モジュラスで且つ低比重であるため、素材の表面境界層の利用率が同一デニールでは高く、通過性能は非常に優れたものとなる。こうした点で従来の高収縮率を要する

特開昭63-175157(3)

処理後、熱処理により成形された不織布と比べると機械強度が全く異なっている。

本発明で使用する合成繊維の原料ポリマーは、紡糸時の形状コントロールが容易でしかも均質且つゲニールむらの少ない繊維状に加工し得るものであればすべて使用できるが、中でも芳香族又は脂肪族のポリエステルまたはポリアミド、あるいはポリアクリロニトリル等は、血液用フィルターとして使用したとき血液中の蛋白成分を吸着するあるいは蛋白質などの粘着物を捕集して濾過物の操作化に寄与するので好ましい。尚血液フィルター用不織布は加工の最終工程でポリエチレンオキシドガスを用いて熱処理（50℃程度）するか、あるいは加熱水蒸気（120℃程度）で処理して無固化されるが、この熱処理工程で熱収縮を起す様なことがあると繊維径の増大により通液性が低下し、あるいはモジュラスの低下により抗圧縮力が低下するので、繊維材料の選択に当たってはできるだけ熱収縮率の小さいものを選択することが望まれる。熱収縮率については最終

製品である不織布の状態で規定するのが最も好ましく、実験により確認したところでは、製品不織布として160℃×30分の乾熱処理を施したときにおける縦方向及び横方向の収縮率が共に15%以下、より好ましくは5%以下であるものは、血液用フィルターとして優れた性能を発揮し得ることが明らかとなった。ちなみに熱収縮率が15%を超えるものは熱的寸法安定性が悪く、また熱処理に伴なうモジュラスの低下によって抗圧縮力が低下し、更には収縮に伴なう繊維の太りによる自由空間の微小化によって通液性が低下し、且つな通液性が得られ難くなる。また本発明不織布の見掛け密度は通液性に影響を及ぼす耐高性の目安となるものであり、0.01g/cm²以上が好ましく、特に血液用フィルターとして使用する場合はプレス等によって0.05~0.5g/cm²程度に調整することが望まれる。この場合、従来の低モジュラス種ゲニール繊維を用いたものではプレスにより潰されてペーパー状の薄いものとなり通液性が極端に低下して実用不能となるが、本発明では前述の

如く初期引込抵抗の高いゲニール繊維を使用しているので耐高保持性がよく、フィルターとしての適正な耐高性を維持しつつ見掛け密度を容易にコントロールすることができる。

本発明で使用するゲニール繊維を得る方法としては、メルトブロー法、フラッシュ紡糸法、複合紡糸で得た複合繊維を溶解する方法、スーパードロー法の如く、極細ゲニール化の可能な種々の方法を採用することができ、最も好ましいのはメルトブロー法である。メルトブロー法自体はたとえば特開昭59-26581号公報に記載されている如く公知であるが、公知の方法をそのまま適用しても前述の如き要求特性を満たすゲニール繊維が得られる訳ではなく、その実施に当たっては紡糸温度を原料樹脂の融点より10±5℃高い温度に設定すると共に、牽引速度も融点より20±5℃高い温度に設定して伸長しなければならず、牽引速度の慢速はマッハ1前後に設定することが望まれる。たとえばポリエチレンテトラフラートを原料樹脂とする場合の

最も好ましい条件は紡糸温度が約275℃、牽引速度が約275m/minである。単孔当たりの吐出量は目標とする繊維径や密度等によって任意に決めればよいが、2μm以下の繊維径のものを得る場合は0.1~0.01g/分、より好ましくは0.05~0.01g/分とするのがよい。

この様な条件で吐出された繊維は、吸引されたドラムまたはネット上に3次元的に交差させながら巻き下せつつ繊維同士を適宜交差させて不織布とされる。吐出ノズルとドラムまたはネットとの距離は、繊維同士が密に交差してひも状とならない距離、即ち同伴する牽引流体の量がありと乱れにより3次元的に交差し合いつつ積層されていくのに十分な距離、たとえば30~60cm程度に設定される。引取られた不織布は、必要により加熱ローラ等で軽くプレスしたりエンボス加工を施すことによって見掛けの密度を調整することもできる。

以下実施例を挙げて本発明の構成及び作用効果を一層明確にする。尚本発明で規定される不織布

特開昭63-175157(4)

繊維組織の物性等は、下記の方法で測定した値を言う。

繊維径：

不織布を電子顕微鏡写真によって撮影し、拡大写真の中から繊維100本をランダムに選択してその直径(d_i)を測定し、次式により平均値として求める。

$$\text{平均繊維径}(\bar{d}) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n-1} (d_i) \quad [\mu m]$$

繊維径散：

上記と同様にして求めた繊維径(d_i)より、下記式によってそのばらつきを求める。

$$\text{繊維径散}(\sigma) = \frac{\left(\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^{n-1} (d_i - \bar{d})^2 \right)^{1/2}}{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n-1} (d_i)}$$

初期引張り抵抗値：

単繊維50本をランダムに抜き出し、糸はりして一本とした後JIS 11074(195)に従って測定する。

ブライミングを行なった後、牛血500 mlを播して白血球除去処理を行ない、その後生理食塩水80 mlを播して赤血球を回収した。

実施例2

比較例1.1のナイロン6を使用し、紡糸温度を270℃に設定した以外は上記実施例1と同様にして不織布の製造及び牛血分離試験を行なった。

比較例1～5

紡糸温度、加熱媒体(空気)の温度及び圧力、ポリマー吐出量を部分的に変更した以外は実施例1と同様にして不織布の製造及び牛血分離試験を行なった。

上記実施例1、2及び比較例1～5の実験条件及び結果を表1表に一括して示す。

(以下省略)

【実施例】

第1図に示すメルトブローノズル〔図中〕はポリマー吐出管、2はオリフィス孔(0.15mm)、3は加熱媒体吐出し口(リップ径300μm)、4は加熱媒体温度検出端を矢々示す〕を使用し、低粘度度0.55のポリエチレンテレフタレートを275℃、オリフィス1孔当たり0.825g/分の吐出量で吐出すると共に、加熱媒体吐出し口3には吐出端4の位置が275℃である加熱空気を圧力1.2kg/cm²で供給しつつメルトブローを行ない、ノズル吐出端から40cm離れた位置を1g/minの速度で移動するネット上に吐出繊維を捕集し、目付80g/m²の不織布を得た。

この不織布は高強度弾力性を有するかつソフトな感触を有している。

この不織布を直径90mmの円板状に切断して5枚を重ね合わせ、厚さ70mm、有効径80mmのカラムに固定した。次いでカラム全体を121℃のステーム中で30分加熱処理した後減圧乾燥した。このカラムを使用し、25℃の生理食塩水で

特開昭63-175157(5)

	実例1	実例2	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5
レジン	PET	NY-6	PET	PET	PET	NY-6	NY-6
切歯温度 (℃)	27.6	27.0	27.7	26.0	27.5	27.0	26.0
鼻孔吐出量 (g/分)	0.011	0.015	0.011	0.015	0.011	0.011	0.015
リップ巾 (mm)	300	300	300	300	300	300	300
液体温度 (℃)	27.6	27.8	27.8	27.6	27.5	28.0	27.5
液体圧力 (kg/cm ²)	2.3	2.4	2.3	2.4	2.3	2.1	2.4
吐出速度 (cc)	スチーム 111	スチーム 111	スチーム 111	スチーム 111	スチーム 111	スチーム 111	スチーム 111
圧 (mm)	1.3	1.4	1.1	1.2	(1.3)	1.4	1.4
圧 (cmV)	0.19	0.21	(0.18)	(0.22)	0.21	0.19	0.21
初期引張抵抗 (g/アール)	4.0	3.1	(3.5)	3.9	3.1	1.3	1.0
破断率 (%)	4	1.0	3.8	3.3	1.0	3.3	0.4
破断率 (%)	2.1	1.5	0.1	1.4	1.0	3.5	0.1
日行 (g/分)	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0
牛乳吐出量 (g/分)	0.3	0.2	0.8	0.5	1.25	2.5	-
吐出速度 (cc)	---	---	---	---	---	---	---
吐出速度 (cc)	22.1	18.1	7.4	8.8	11.5	7.2	-

PET: ポリエチレンテレフタレート, NY-6: ナイロン-6

第1項より次の様に考えることができる。

実例1, 2: 本発明の組成要件をすべて満たす例であり、牛乳の処理速度、赤血球除去率及び赤血球回収率の何れも非常に良好な値が得られている。

比較例1: メルトブロー時における加熱液体温度をわずか1.5℃高くしただけであるにもかかわらず、繊維径及び繊維の初期引張抵抗が本発明の組成範囲外になっているほか、不織布の破・損収縮率も非常に大きくなっており、特に赤血球回収率が大幅に低下している。

比較例2: メルトブロー時におけるポリマー吐出温度をわずか5℃高めただけであるにもかかわらず、繊維径が本発明の組成範囲を外れるほか不織布の破・損収縮率もやや高めとなっており、その結果、白血球除去率及び赤血球回収率の何れも低い値しか得られていない。

比較例3, 4: メルトブロー時のポリマー吐出量を適

大し、繊維アニールを従来品と同程度にまで高めた比較例であり、赤血球回収率は高い値が得られているもののフィルターとしての目詰りが著しく、牛乳処理速度が低下すると共に白血球除去率が大幅に低下している。

比較例5: 紡糸時における牽引液体温度を高めに設定し、あるいは紡糸温度を高めに設定して得た、繊維径が小さく、且つ初期引張抵抗が不足するほか、破・損収縮率の大きい不織布となる比較例であり、比較例4では牛乳処理速度が遅く且つ赤血球回収率も低い。また比較例5の不織布は膜れが極めて著しく、実用し難いと判断されたのでフィルター性能評価試験は途中で中止した。

【発明の効果】

本発明は以上の様に構成されており、不織布を構成する繊維の径及び径距、更には初期引張抵抗

特開昭63-175157(6)

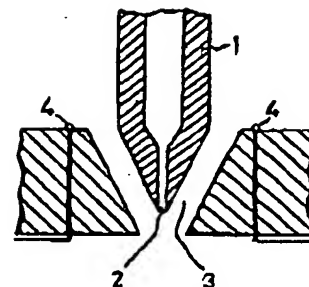
図を特定することによって、全体に亘り適宜で均一なサイズの自由空間を有し、且つ嵩高で従圧能力の優れた不織布を提供し得ることとなった。

またこの不織布は優れた細孔特性と高圧縮力にも耐え得る構造強度を有しているので、血液用フィルターのほか各種工業用フィルター（バグフィルター等を含む）、マスク用フィルター、空気浄化用フィルター等として優れた性能を発揮し得るばかりでなく、保温材や濾留用培地、衛生材料等としても幅広く利用することができる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は実施例で使用したメルトブローノズルを示す要部断面図である。

- 1…ポリマー吐出溝 2…オリフィス孔
3…加熱媒体吹出口 4…加熱媒体吹出溝



出願人 旭化成株式会社

代理人 弁理士 植本久一

代理人 弁理士 浅草栄三

ENGLISH TRANSLATION
OF MARKED PORTIONS
OF JP 63-175157

1. Title of the Invention

Nonwoven fabric

.....

2. What is claimed is:

1. Nonwoven fabric comprising a synthetic fiber having a fiber diameter of 3 μm or less, a coefficient of variation (CV) of 0.3 or less, and an initial tensile resistance of 20 g/denier or more.

2. The nonwoven fabric according to claim 1, having a dry-heat contraction rate of 15% or less in both the lengthwise direction and crosswise direction.

3. The nonwoven fabric according to claim 1 or 2, wherein the synthetic fiber is a thermoplastic synthetic fiber manufactured by a melt blow method.

4. The nonwoven fabric according to any one of claims 1 to 3, used as a filter.

.....

3. Detailed Description of the Invention

Field of the Invention

The present invention relates to a nonwoven fabric which demonstrates high performance, particularly as a filter, obtained by specifying the size, shape characteristic, and properties of the fiber used therein.

.....

Problems to be Solved by the Invention

The present invention has been achieved in view of the above situation and has an object of providing a nonwoven fabric in which the decrease in modulus experienced in conventional thin denier fiber is prevented, an appropriate free space as uniform as

possible is secured to ensure selective filtration, and the bulk and compression resistance are persistently maintained.

.....

Action

The diameter of the synthetic fiber constituting the nonwoven fabric of this invention must be 3 μm or less, and preferably 2 μm or less. If the fiber diameter is more than 3 μm , the nonwoven fabric which is a layered body of these fibers has a large mesh, which allows large substances that must be removed from blood to pass through. Such a nonwoven fabric is not suitable as a blood filter. On the other hand, if fibers with a diameter of 3 μm or less are used, leukocytes and the like in the blood can be efficiently removed, ensuring recovery of high purity erythrocytes in a high yield. However, if the fiber diameter is too small, open spaces in the nonwoven fabric is unduly reduced, resulting in not only a large filtration resistance, but also a decrease in the recovery rate of erythrocytes due to separation of a part of the erythrocytes together with leucocytes when used as a blood filter, for example. Therefore, the diameter of the fibers is preferably 0.1 μm or more.

The coefficient of variation (CV) of the synthetic fiber must be 0.3 or less, and more preferably 0.1 or less. If the CV is more than 0.3, the nonwoven fabric formed from the fiber has uneven open spaces, which decrease filtration selectivity and separation efficiency of particles with a specific diameter. In addition, since the initial tensile resistance of the synthetic fiber has a close relationship with compression resistance, which is a property of suppressing a decrease in permeability due to compression, a synthetic fiber having an initial tensile resistance of 20 g/denier or more, and preferably 30 g/denier or more must be used. If the initial tensile resistance of the synthetic fiber is less than 20 g/denier, the nonwoven fabric has a low compression resistance. When the initial tensile resistance is 10 g/denier or less, the nonwoven fabric is compressed even

with a small filtration compression until the thickness is significantly reduced to the extent that the open spaces are crushed, thereby significantly decreasing permeability of liquid and the filtration speed.

.....

Fiber diameter:

A photograph of the nonwoven fabric is taken using an electron micrograph, 100 fibers are randomly selected from the enlarged photograph to measure their diameter (d_i), and an average value is determined using the following formula.

$$\text{Average fiber diameter } (\bar{d}) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (d_i) \text{ } [\mu\text{m}]$$

Coefficient of variation (CV):

A variation is determined from the resulting fiber diameter (d_i) according to the following formula.

$$\text{Coefficient of variation (CV)} = \frac{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (d_i - \bar{d})^2)^{1/2}}{\frac{1}{n} \sum (d_i)}$$

Initial tensile resistance:

A thread is produced from randomly extracted 50 single fibers to measure the initial tensile resistance according to JIS L1074 ('65).

Effect of the Invention

According to the present invention, a nonwoven fabric having a high bulk and superior compression resistance and having a suitable amount of open spaces having a uniform size as a whole can be obtained by specifying the diameter, CV, and initial tensile resistance of fibers forming the nonwoven fabric.